

⑩ 日本国特許庁 (JP)

①特許出顧公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭55—10428

5)Int. Cl.² C 01 G 23/00 # C 08 K 3/22 識別紀号 CAJ 庁内整理番号 7202-4G 7016-4J ❷公開 昭和55年(1980)1月24日

発明の数 2 審査請求 未請求

(全 12頁)

❷敵粉末二酸化チタン組成物及びその製造方法

顯 昭53-82194

砂特 ②出

頭 昭53(1978)7月6日

愛発 明 者 高島敬

草津市西澳川2丁目6番1号

砂発 明 者 本間一郎

草津市野村町221番地

亞出 願 人 石原産業株式会社

大阪市西区江戸場一丁目3番11

导

明知者

発明の名称 数粉束二酸化チタン銀家物及びそ の製造方法

特許研究の範囲

- 2. 粒子製剤にケイ果及び(又性)アルミュウムの設化物を存在させた稼祭宗二酸化チタンであって、除二酸化チタンの粒子はその80%以上がQ01~Q1=の範囲内の大きさであり、酸ケイ素及びアルミュウムの酸化物の量がそれぞれ510g及び4420gに終算して1~20重量多(Tiog 基準)であることを明報とする、後程末二酸化チタン 組成物。
- 2 (イ)テタンの配性水溶液を加水分解して非硬集 チタン酸を得る工學、
 - (回該チャン階又はそれから得られる二酸化テ タンを水中に分散させて水性スラリーとし、 このスラリーにケイ無及び(又は)アルミ エウムの水滞性流を添加し、中制して、810。 及びA420s に換算してそれぞれ1~20重量

チ(T10a 総準) のケイ素及び(又は)アルミニウムの水和酸化物を、誰テタン酸又は こ酸化テタンの粒子表面に洗消させる工程、 並びに

・ (4) 的記回の改善工程の前又は後で、150~70000 の程度で鑑成して、 該チタン配を80多以上 がGG1~G13の範囲内の登録を有する報覧 末二酸化テタンにする工程、

を含むことを確認とする、微粉末二酸化テメン 銀成物の郵送方法。

発時の詳細を説明

本発明は、粒子製面にケイ変及び(又は)ア ルミュウムの酸化物を存在させた便物宗二酸化 チタン組成物及びその製造方法に関する。

大部分の粒子の大きさかC14以下の微師を二酸化チェン特末が、普通粒在G15~G5 μの線科研二酸化チェンとは異つた供質を示すことは医に知られている。このものは、処えは微胞の解は成型物に配合されたとき類料管性を示さずに可視光筋を透過させるので、それらに透明性

- 2

を与え、他の類科、原料の色譜に影響らない一方、実外部を透常して磐外線によつて発色、発

彼する妙質を保護する。

しかしながら、このような数極を二級化チタンを末は、報道が容易でなく、また分散媒樹脂との混和酶の分散性や製品中で分数解樹脂を酸化、劣化させる性質などに問題があり、工業的容易に安定な知識ができる歌良品の出現が発まれている。

本発現は、契賀的に001~014の範題内の大きさの能総を二散化チタンの粒子表面をケイ束及び(又は) ブルミニウムの硫化物で処理した新波を二酸化チタン組成物、及びケタンの酸性水管級を加水分解して視られるチタン酸の非緩免沈酸を低温機成及び表面処理する無透方法に係る。

本祭明の組成物は、粒子表面に前記酸化物を存在させないものに比べて、樹脂中に分散、含有させたときの透明性や紫外殻過酸性において 野るとも劣らす、その上一層優れた分散性を有

- 3 -

及びAL20s K換算してそれぞれ1~20重點 第(F102 紫準) のケイ繁及び(又は) アル ミニウムの水和物化物を、該チタン段又は 二物化テタンの粒子表限に洗燥させる工程、 並びに

(対抗能性の沈潔工程の前又は後で、150~7000 の温度で焼成して、該ラタン酸を8.0 %以上 が0.01~0.1 #の観恩内の粒径を存する微粉 来二酸化チタンにする工程、

を含むことを特徴とする、健物末二酸化デタン 親取物の製造方法である。

本国の第1の発明は、特定の二酸化チタンの 粒子表面に特定の酸化物を特定量存在させた二 酸化チタン超皮物である。

一般に二酸化チタンの結晶形には大別してルチル型とナナターゼ型があるが、本難明整成物にかいては、ルチル型、ナナターゼ製或は両選の混合物のいずれてもよい。二酸化チタンの紋器は、その数子の805以上、発せしくは失変的に全部か401~41以 気に確ましくは失変的に

發開 昭55-10428(2)

し、かつ分数減機能の劣化を報くことが少い。 また、本条明の製造方法は、例えば固定化チタンの気料加水分解法に比べて工業的準備が非常 に容易であり、安定した品質のものを安価に製 効することができる。

すたわち、本数の第3の発明は、粒子装頭化ケイ製及び(文は)アルミニウムの酸化物を存在させた微粉末二酸化チタンであつて、数二酸化チタンの粒子はその80多以上がG01~01年の銀思内の大きさであり、酸ケイ粉及びアルミニウムの酸化物の最がそれぞれ810。及びA2e0。代数算して1~20無量を(\$102 基準)であることを特徴とする、数粉末二酸化チタン組成物であり、本類の第2の景明は、

(4)チタンの数性水溶液を加水分解して非凝集 チタン酸を得る工程。

何酸チタン酸又はそれから得られる二酸化チ タンを水中に分散させて水性スラリーとし、 とのスラリーにケイ素及び(又は) アルミ ニウムの水溶性塩を添加し、中和して、SLOs

- 6 -

金部がC61~C054の範囲内の大きさの使動末 なのものである。可視光線に対する透過能を軸 上させるためには超極をできる限り小さくすれ はよいが、小さくしすぎると二酸化チタンの表 随着能が強くなったり、常外数をも透過させる ようになり好きしくない。一方、紫外線に対する光数取能と光散致能に無う が、光数電解を多くするために粒極を大きくす ると可視光磁の光散配動を増充して透明性を刻 たりことになる。上記の粒極範囲の二酸化チタンは、傾調等に分散させた場合、充分な透明性 及び象外線線影性を有する。

本発明組成物は前記のように二酸化チタンの 粒子表面に特定の酸化物を存在させたものであ り、これらの酸化物を連続膜で被硬したものが 認ましいか、不連続膜で被硬したものであって もよく、また表面に付着したものであってもよ い。この特定の酸化物の表面処理はケイ素或は アルミニウム酸化物のそれぞれ単数の場合とか イ窓及びアルミニウムの微化物の場合とがある。 このケイ多及びアルミニウムの酸化物の装置組 葉の場合、ケイ素剤化物を処態してからアルミニウム酸化物を処理するのがよいが、ケイ薬及 びアルミニウムの酸化物を混合した、例えばア ルミニウムシリケートの処理であつてもよい。 せたケイ素及びアルミニウム酸化物に加えて、 例えばチタン酸化物、 運免酸化物 などをさられ 数子表面に存在させてもよい。

二酸化テタンの粒子装面に存在させる躯化物は水和砂化物を乾燥改は焼取したものであるととから、一部又は全部が水和酸化物である場合を含み、ケイ器及びアルミニウムの砂化物の数はそれぞれ8102及び AC20s に装飾して1~80家母の(TiO2 蒸散)である。この母が前距範囲とり少なすまると、例えばこのものを御聞等に分散させた場合分散鉄態の変色、労化を生する。またこの最が多すまると案外鉄造数性が低下するので不利である。

本発明組成物は衝脳等に対して普通8~1.5重

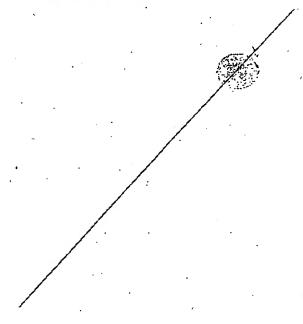
表中での気相加水分解法などの方法で製造する ととができるけれども、本版の第2の発明によ るのが、程度分布その他の点から所望のものが 工業的でかつ比較的容易に製造できる。 すなわ ち、本願の第2の祭明は下記の通りである。

特朗 昭55-10428(3)

近年(樹脂等関形分拣準)、密生しくは8~1.2 思想等(樹脂等関形分基準)を福和して、実質 的に恐男でかつ解外解を認証する。温和景が上 配納图より少ない場合は完分な架外離疑蔽性が 得られず、多すぎると透明性を织れる性が緩々 の不利を招く。

本発明組成物は特定の拉袋の二酸化チタンを 核粒子とするが、このような教粉末酸化チタン は、公知の方法、例えば四族化テタンの脚水器

滋を加熱加水分解し、洗涤、配器して非幾無メ メナクン部を得る方法がある。



÷ 9 -

--153--

なの近は、具体的に次のような顕微をとることができる。

- (4) ナタンの酸短水母液を中和加水分解する場合、
- (1-1) 「中和因水分解工程」→「袋成工程」→「なお工程」
- (1-2)「中和加水分解工程」→「沈광工程」→ 「無成工程」
- (2) チタンの数性水器被を加怒加水分解する場合、
- (2~1)「加热加水分等工能」→「削除工程」→「需成工程」→「抗溶工程」
- (2-2) 「加触如次分解工程」→「殊營工程」→「状務工程」→「農皮工程」

上記の急後について、各工程係に説明する。 「中和知水分辨工程」は、チメンの配性水路 世を中和加水分解して、オルソテメン配を得る 工程である。との中和加水分解は、常伝に従つ てチメンの散性水路液をアンモニアなどのアル カリで中和することにより加水分解が減り、特

-11-

の自的とする敵が末状のものは得られない。 従 つてこの場合は次の「影節工場」を必要とする。 このように上記の加熱加水分解による緩系な 趣は、 解師しあいものであることが強ましいの で、 加級加水分解の発行としては、 沈殿の生成 がなるべく急速にかつ完全に進行する条件が好 ましく、 例えば、 加品を敬加すること、 加水分 解母はとしてのチャン塩水溶液の銀性 変を集ら すること、 反応函数を高くすること、 反応函数 がれるくなったとき反応を停止することなどが 名物である。

「無路処理」は、政策沈殷(級様メクテクン田)を沈浄、戦略して突襲教メクサタン団を得る工程である。 チタンの盗賊 取住水軽液から待られた破棄 北坂を記がした後スラリー状とし、アンモニアホなどのアルカリで中和しが過、水死して、内部に投存している誠敢 投を除去し、その後地震、領欧、トリクニル即便をどの強猛が作って、2日3以下、選ましくは2日1~

辞脚 355-18428(4)

代理総するととなく、短時間で終了する。一般 に中部が水分解は、オルソチタン酸以外の岩色 佐不利知の共花を送けるのがみましく、そのために選兄性条件下で行うのがよい。ここで待られる沈設知を水で統印して非緩後な故を待る。 このものをよるを登せずれは突致的にほころ 以上の粒子を含まない砂粉末とすることができる。 彼つて、チタンの螺性水溶液を中和加水分 解する場合は、チタンの螺性水溶液を加熱加水 分がする場合のように存定の母を圧えて解胞させるという「無慮工程」が不要である。

「加勢加水分殊工程」は、テタンの単性水器 液を加熱加水分解する工程である。

このが勢加水分解は、富法に従つで、チャンの酸性水溶液に極温を添加し、発点付近の程度(音泣110℃付近)に数時間加熱する。ここで得られる凝集な数は、超過4014程度のメタチタン盤の1次型子が多数無合した酸柴場として得られ、このものをこのままを訳すると準径01以上の顕粋数の二酸化チャンが生成し、本発明

-12-

15にして郵配処理を行なり。別の方法として、 前記の脱硫酸粒処理を行なりととなく、軽頻な 酸化、如酸根と反応して不整性の数型を形成すり ると内時に一個の報を形成するようを強、例え は堪化パリウムを添加して傍鯵処理するととも できる。

チョンの塩酸酸性水溶液から得られた聚集社 般の場合は、評別して十分に免疫して共存期を 除去し、P5を3以下、好ましくは1~25に調整 すれば容易に別題する。

解惑処型した後のメタテタン酸は、そのまま 炭蛙してもよいが、アンモニアボなどで一旦中 和し、炉道、水洗した袋焼繰するのがよい。こ のようにして、突質的に 0.3 P以上の粒子を含ま ない故者求とするととができる。

「競成工程」は、低端する「沈岩工程」の前 又は後に位置する工程であり、非数無メタチタン取又はオルンチタン配を150~700℃、登ま しくは250~4000の温度で能成して、超子の 60%以上が302~34の範囲行の大きるの数粉

-13-

特朗 昭55-10428 (5)

京二畝化チメンとする工程である。続成箔度が 上記略四上り伝い知台は、品質が不去定になつ たり、歿存水分の量が多くなつて、例えば剝貼 中に分数させ盗賊を形成させた場合にピンホー ルをつくつたりするなど単せしくない影響を与 える。一方、上記範囲より高い温度で焼成する と二級化テタン報子闽志が閩藩或は錦籍してG1 A 以上の租大粒子を生じ、本発明の目的とする 飲粉末二段化チダンが得られなくなる。このよ りに、本発別においては、残成的の段階で数径 がGIM以下の敵狗末のものであつても離戯無巌 が上記的例を遊覧すると本間の目的とする効果 が得られなくなる。焼成温暖が上記鑑題の上段 付近では、オルソリン数、メタリン徴或はとれ 5の塔を焼器筋止剤として絡成時に存在させる とといる

1 「沈智工程」は、前記工程で得られた非鉄集 メタチタン段、オルソテタン健成はとれらのも のがとのまま前記の接頭工程」を経て得られた 二般化チタンを水中に分散させて水性スラリー

-16-

法がある。一つの方法は体配と阿森に訓費した 水性スラリーにクイ酸ソーダなどの水鉛性ケイ 破プルカリ金貨塩を加え、チタン酸虫は二酸化 サメンをよく分散させた後、弥留アルミニウム、 塩化ブルミニウムなどの酸性の水器後ブルミニ カム化合物を加えて中和し、テタン酸症は二酸 化テタンの恋子灰白に梅電塩のケイ茶及びアル さニクムの水剤銀化物型はその限合物を気滞さ せる。もり一つの方法は、前記と周様に胸裂し . た不住スラリーにアルカリなどを加えてD日を 20前後に顕整し、チタン酸酸は二酸化デタンを よく分散させた数、ケイ酸ソーダなどの水搭径 ケイ酸ブルカリ金属塩を加え、次に前記したよ りな壁で中和してチャン酸皮は二酸化チタン粒 子袋面に私定宜のケイ数の水和殴化器を充著し た敬、アルミン鞭ナトリウムなどの不知性アル さニウム化合物を加え、さらに前砲したような 飯で中和して特定盤のアルミニウムの水和駅化 化物を次確させる。

、本袋伝の「無成工程」は、前述の通り「な療

とし、とれらのチョン設定は二酸化テタンの粒 子級血化、ケイ教及び(又は)アルミニウムの 水和酸化铷を特定性光滑させる工程である。ケ イ務の水和酸化物を花祭させる場合、例允は筋 記テタン酸或は二酸化チタンを100~5009/4 坐ましくは 250~4004/ℓ(150 € として) の欲説 となるよう水中に分散させて、水セスラリーと し、とれにケイ雷ナトリウムなどの水谷性ゲイ 電アルカリ金属ほを加えて前記テタン銀成は二 酸化ケタンをよく分散名せた较、粒酸、硼田、 塩酸、卵酸等の酸を加えて中枢し、前配チタン 酸液は二酸化チタンの数子表面にケイ界の水和 趣化樹を洗滑させる。アルミニウムの木和駅化 哪么比强古世马梅合は、例久过的配之问故区约 殺した水性スタリーにアルミン酸ナトリウムさ らに必要に回じて分散器を加えて前記テメン盟 成は二酸化チョンをよく分数させた後前間の飲 で中和し、アルミニウムの不和酸化物を抗患さ せる。また、ケイ茲とアルミニカムどの水和銀 化物を洗剤させる姿合は、普通次の二通りの方 - 16-

工程」の第又は後に位置する工程であり、この「好成工程」が「比別工程」の前に位置する場合は、犯別処理の後100℃以上の函度で充滑した水和酸化物を吃機する。またとの「健成工程」が「沈劳工程」の後に位置する場合は、この洗めに必要を行われるので、この安全は不要となる。このようにして符られた必然品度は疑いる知られる。

次に本独切の実施例を記載する。 発施例1

イルメナイトを複数と反応させ、得られる。 彼チタン都被を加熱加水分解して生成させた数 袋メタテタン版をTio, 30並登多の水性スラリー とし、とのスラリーをアンモニア水でIBVに中 和し、その後距離、免許して額線程を除去した。 得られたケーキに355場似を加えてDH15とし 解節処理を行つた後、アンモュア水でDH75とし に、これを砂塊、洗浄して1100で乾燥し、 質に4000で8時間鏡成して01~0034の包

- 3 B -

色の敬敬宗二段化テメンを得た。

この微粉末 1005 を 110s 80 単盤多の水性ス ラリーとし、この中に T10: 単数数で S10s と して 5 包盤がに相当する 5tue 1009/2合有ケイ 破ソーダ 答報 (BiOs/Na2Oモル比O5)30m4を 際別して二酸化チタンを分散をせ、クイツタミ ル中で1時間提式粉砕した。その量との分散ス ラリーに Tios 座 里 夢 率 で Alaos として 3 玉 世 声・ で相当する ALACS 509/Lの軽敗アルミニウム 番板 60mlを数加し中和して磁粉束の表面に水 **列段化物を洗浴させ、この敷料を炉道、佐浄** して1100で乾燥し、この乾燥物をサンプルミ ルで粉砕した。得られた微粉末二酸化サメン組 成物は、001~003×の数径のiのであつた。と の組成物を送明ランカー(ニトロセルローズを ・トルニンなどの些別に形飾させたもの〉にTiOo として10萬度が(樹館等的形分器を)協入し、 透明無料を得た。この強料をガラス数化20ミル のドクターブレードで独布し、乾燥して見かけ 上遊明な慇懃を形成させた。との鈴茣を有する

と四数にして整版を有するガラス数の可視光線及び能外級の透過路を構定したところそれぞれ25岁及び0岁であつた。この絵画は突縮例1と同様の試験の結果、突然例1と同様突着的に変色しなかつた。

-10-

突 额 例 3

実歴例1と向様にして辞継処理した後、何様 に1100で乾燥し、質に2500で3時間需成し で201~0034の程後の彼粉末二望化チタンを 物た。

この世形末に水を加えてT10でとして20重量がの水がスラリーとし、以下実施例1と内様にして3ic2及びA4x0sをそれぞれる重量を及び3取量が登録を改数末の洗道になってはなった。その後この数数末を呼迎、先序して110つで乾燥し、サンブルミルで粉砕した。得られた依然末二級化テェン組成物は001~002×の数色のものであった。とのものを発剤供1と同様にしてガラスをに整布し、可研光斑及び3分散の透道器を動定したところ、それぞれ58%及び3分であった。

转期 昭55-10428(6)

ガラス似の可能先線(580mm)及び紫外線(520mm) 遊過率を品帯ダブルビーム分光光底計 U マー800(品群製作所製)によつて翻定した。とのそれぞれの値は 27 所及び 0 までもつた。とこで使用したガラス根の透過率のそれぞれの鎖は65 序及び 15 までもつた。この意以を有するガラス破を 1 週間放置したととろ、この意以は実質的に変色しなかつた。

突施 例 只

前記の突頭例1の400で提成二酸化ナクン
100fをT10a20 連載多の水性スラリーとし、
との中にT10a 直益器単で810xとして5 単独多
に相当する810a1008/8 含有ケイ酸ソーゲ粉
版(610x/Nea0年紀25)80mとを設加して、
二酸化テタンを分散させ、タイツクミル中で型
状象神した。その後との分散スラリーを10%の
増紅酸でDHEOすで中和した。が近、独身して
1100で乾燥した様サンブルミルで物砕した。
得られた骸粉宋二酸化テタン越成物は001~
0034の製造のものであつた。とれを実施物2

また、この趣願は1海関放協しても変色、劣化 しなかつた。

突触物4

赛題例 5

前紀実際例1の4000辞成二段化チャン100 まを TiOx EO 重数をの水性スラリーとし、との 中に TiOx 数数基準で KA203 として 5 密度を紅顔

- 22.

当するアルミン餃ナトリケム器被を施加した袋 クイツクミル甲で三瞬間放式初砕した。このス クリーを10分の希蚊酸でPHE8まで中心して二 被化テタン型子袋面化アルミエウムの水和酸化 物を火者させた。その後が遁、免得し、110℃ で乾燥しでサンブルミルで粉砕した。得られた 政数末二世化チタン猛取物は、401~2054の粒 後のものであつた。とのものを契縮値1と同様 にしてガラス根に透布し、可視先線及び索外級 の透過器を勘定したととろ、それぞれるマラ及び 3 多であつた。また、との盗賊は1 巡閲放伍し ても変色、劣化したかつた。

特許出職人 石原意義株式会社

~ねる完~

数粉末二型化テタン超版物及びそ 強閉の名称 の数治方法

谷野潜水の範囲

- L 粒子袋面にケイ紫及び(叉は)アルミロウム の酸化物を存在させた飲粉末二酸化チタンであ つて、設二型化テタンの粒子はその80%以上が Q01~Q1#の範囲内の大きさであり、数をイ第 及びアルミニウスの製化物の最がそれぞれ810s 及び ALEO: に投算して1~20 裏 最易 (2102 差 準) であることを特徴とする、仮検末二酸化テタン 短取物。
- 2. (1)ナメンの摩控ホ際液を加水分解して非疑集 ナメン段を待る工程。

. 白腹チョン酸叉はそれから得られる二酸化テ メンを水中に分散をせて水性スラリーとし、 とのスラリーにタイ界及び(又は)アルト ニクムの水磁性塩を添加し、中和して310g 及び ALOS に額無してそれぞれ I~20里餐

特開 昭55-10428(7)

手 梳 捆 正 套(自 発)

路知56年5月18日

存於庁長官 熊 谷 磐 二

1 事件の表示 昭和53年符許路第88184号

2. 強弱の名称 徴粉束二酸化ナタン組成物及び

その叙法方法

3 稀正をする者

事件との関係 科斯出版人

(平550) 大阪市西区江戸黎一丁目 3 祭 11 号

供所

(936)石原産聚株式会社 取賴設社長 石 原 姓 三



植正の対象・ 劈翻器の金文訂正

5 袖圧の内容 別板の通り

> あくTioz 菩準〉のタイ熱及び(又は)アル ・1=ウムの水和飲化物を、設ケクン海叉は 二酸化チタンの粒子製面に花葉させる工程、 # 15 kc

付前配回の花着工程の前叉は役で、156~76GC の監旋で始歇して、数ナメン酸を80岁以上 が001~01#の範囲内の放在を有する敬格 **吹二酸化チョンにする工程、**

を含むことを特徴とする、微数米二酸化テタン 組取物の軽塩方法。

発明の節器を説明

水苑明は、粒子衆団にケイ衆及び(又は)で ルミニクムの歌化物を存在させた欲粉來二郎化 サタン組成製及びその数過方法に関する。

大部分の粒子の大きさがQle以下の徹都を二 酸化チタン粉末が、普通粒後0.15~0.52の顔料 級二酸化チメンとは暴つた性質を示すととは疑 に知られている。このものは、例えば街鮨の颜 或は皮型物に配合されたときに可視光線を透過 古せ、他の奴科、染料の色相に影響しない一方、

- 2 -

紹外 礎を 迷 使して 怨外線によつて 変色、 変 密す る伽賀を保護する。

しかしながら、このような欲網を二酸化テメ ン粉末は、製剤が容易でなく、また分散整构脂 との温和時の分散性や製品中で分散模型を散 化、劣化させる性質などに問題があり、工業的 容易に安定を熱途ができる改良品の出現が察す れている。

本発明は、実質的に001~01年の範囲内の大 ちさの敬頼を二酸化チタンの粒子発面をクイ素 及び(又は)アルミニウムの割化物で処理した 新規を二酸化サダン組成物、及びテメンの単性 水溶液を加水分解して符られるアタン酸からそ れを製造する方法に係る。

本祭草の超散物は、粒子表面化物記取化物を 存在させないものに比べて、樹蹬中に分散、含 有ちせたときの透明性や紫外線遊離性にかいて **励るとも劣らず、その上一層優れた分散性を有** し、かつ分依録樹脂の方化を招くことが少い。 また、本発明の設治方法は、例えば四端化テク

- 3 -

ミュウムの水和酸化粉を、酸チタン與又は 二番化テタンの粒子装置に优彩させる工程く

円前配回の北着工程の解又は後で、160~700℃ の処産で嫌成して、該チタン酸を80多以上 ・水001~01月0額間内の粒色を有する敏粉 末二郎化チメンにする工學、

を含むことを磐殻とする、飲物来二酸化チタン 趙皮袋の製造方法である。

本頭の第1の発射は、特定の二酸化テメンの 粒子製師に将足の酸化物を特定量存在させた二 、敵化ナメン絡成物である。

一般に二酸化ナメンの結晶形には大別してメ ナル国とアナメーゼ型があるが、本発明組成物 にかいては、ルテル型、アナターゼ型政は両型 の連合物のいずれせるよい。二段化チメンの粒 毎は、その粒子の80m以上がG01~G1p、更に 聚ましくは201~205年の毎囲内の大きさの数 **慰女状のものである。可視光線に対する透過性** を鉤上させるためには粒径を小さくすればよい

特開 昭55-10428 (8) ンの気視加水分解法に比べて工築的実施が確認

化容易であり、安定した局質のものを安価に即 遊することができる。.

すまわち、太難の第1の発明は、粒子設筋に ケイ紫及び(又は)アルミニウムの酸化物を存 在させた微粉末二敏化テノンであつて、欧二般 化チタンの粒子はその80分以上がQ01~Q1% の範囲内の大きさであり、敵ケイ案及びナルミ ロウムの敵化物の量がそれぞれ810s及び AZEOs た換算して3~2C重長男(TiOz 終草)であると とを特徴とする、微勢末二酸化ナメン組取物で あり、本願の第8の発明は、

幻ナタンの散性水道源を加水分解して柴炭築 チメン酸を得る工程、

何設チェン酸又はそれから得られる二酸化ラ メンを水中に分散させて水蛭スラリーとし、 とのスラリーにケイ系及び(又は)アルミ ニウムの水溶性焼を添加し、中利して、810% 及び A220x に狭路してそれぞれ1~20 頭音 多(TiOe 無難)のタイ素及び(又は)アル

が、小さくしすぎると二番化チタンの要面活性 が強くなつたり、架外額をも透過させるように たり好ましくない。一方、紫外銀送会性は、紫 外級に対する光級収能と光散電能に負うが、光 敬毘能を多くするために粒色を大きくすると可 視光顔の発散乱能も増大して遊明性を損なりと どになる。上形の数径範囲の二砂化チメンは、 樹雕等に分散させた格合、完分を透明性及び紫 外顔遮蔽性を有する。

太発明組成物は設配のように二段化チタンの 粒子表面に発定の硬化物を存在させたものであ り、これらの散化物を選続膜で被覆したものが 望ましいが、不連続繋で抜隊したものであつて るよく、また安面に付滑したものであつてもよ い。との特定の歌化物の表面処理はケイ繁求は ナルミュウム酸化物のそれぞれ単独の場合とケ 1条及びナルミュウムの敗化部の場合とがある。 このナイ素及びアルミニウムの配化物の製顔処 連の場合、ケイ茶酸化物を処理してからアルミ エウム酸化物を処理するのがよいが、ケイな及

びフルミニタムの酸化物を混合した、卵えばナルミニタムシリケートの処理であつてもよい。 またケイ製及びフルミニタム酸化物に加えて、 卵えはテメン酸化物、亜鉛酸化物などをさらに 粒子改四に存在させてもよい。

二酸化チョンの粒子表面に存在させる酸化物は水和酸化物を乾燥取は器成したものであるととから、一部又は金配が水和砂化物である場合を含み、ケイ炭及びアンミュウムの酸化物の燥性それぞれ810m及びA440ck数料して1~20面粉(TiOz 基準)である。との母が部配類囲より少なすをると、鉤えばとのものを健康等に分散させた場合分散酸機關の変色、劣化を生する。またとの母が多すすると紫外吸速を性が低下するので不利である。

本発明組可够は使股帝に対して普通1~20重 前後(関節等政形分23年)を通和して、 実質的 に選明でかつ紫外盤を運輸する。 混和最が上記 範囲より少ない場合は充分な鉄外超遊散性が得

- Y -

よるのが、粒肚分布での他の点から所選のものが工数的にかつ比較的容易に建造できる。 すなわち、な知の第2の発明は下記の通りである。

本段の第8の発明は、安定した品質の微粉束 二酸化テメン組以物を安価に、かつ容易に執道 **する方法である。本塾法は被相崇によるもので** あり、との製法で使用するテタンの取性水管液 としては路筒の方法で約られるテメンの熔製人 性水路散、チメンの硫酸々性水路散などが挙げ 考れ、本数法に合ける印工程で称られる科製築 チメン盥は、非袋架メチナメン盥及びオルソチ メン酸である。とれを符る方法として大別して 三適りある。まず一つ目として、テメンの教性 像辞蔵を中和加水分解し、洗浄してオルンテク ン酸を得る方法、二つ目として、テメンの硫酸 一致に水粉液を加熱加水分解して生敗する凝集流 殿を洗浄、娯励して非凝集メタテメン酸を得る … 方法及び三つ目として、ナクンの治酸々性水滸 液を加熱加水分解し、沈浄、雑雄して非晩祭メ ようよン配を行る出ななるる。

特別 昭55-- 10428 (9)

られず、多すぎると透明性を扱ねるほか称々の 不利を招く。

本語祭組成物は特定の校径の二章化ナメンを検控子とするが、このような報告来二酸化テメンは、公知の方法、発えば四族化サメンの母水素失中での気相加水分解法をどの方法で設造することができるけれども、本語の第2の発明に
-8-

本製法は、具体的に次のような態体をとることができる。

- (1) チタンの単位水原設ら中部加水分別する字
- (2-1) 「中和加水分解工程」→「排放工程」→ 「洗粉工程」
- (1-2) 「中和加水分解工程」→「充宏工程」→ 「機成工程」
- ② テクンの段性水路級を加級加水分解する場合、
- (2-1) 「如散加水分解工程」→「解原工部」→「物成工程」→「売売工程」
- (2-2) 「如整加水分解工程」→「辨學工程」→「數學工程」→「數成工程」

上配の窓様について、各工程毎に取明する。

「中和加水分解工程」は、チタンの酸性水溶液を中和加水分解して、オルソチタン酸を得る工意である。この中和加水分解は、常法に作つてチタンの酸性水溶液をアンモニアなどのアルカリで中和することにより加水分解が超り、特

-10-

に加強することなく、理時間で終了する。一般に中和加水分解は、オルンテクン酸外のの一般の一般の大力を受けるのがおました。これである。 一般で変換して発展を受けるのがよい。これである。 一般では、オルンテクとなる。 は不解物の共死を践けるのがよい。これである。 とのとなった。 上の粒子を含まない数粉末とすることができる。 使つて、テタンの酸性水器を中和加熱の大力を をつて、テタンの酸性水器を中和加熱の大力を をつて、テタンの酸性水器を する場合は、テタンの酸性水器を する場合のように特定の酸を加えて解解させる という「作品工程」が不要である。

「加級加水分解工程」は、チタンの磁性水器 征を加熱加水分解する工程である。

この加熱加水分解は、常磁化従って、テメンの酸性水器後に種品を添加し、消点付近の磁旋(普通110で付近)化数時間加熱する。ここで得られる機築沈毅は、整番 091 μ 程底のメメチメン配の 1 次 粒子が多数条合した凝集物として得られ、このものをこのまま乾燥すると数径01k以上の顔料板の二酸化チメンが生成し、本発明

-11-

~15 K して称思処理を行なう。 微単級をできるだけ飲いた後級式物がしてほど同じ状態にするとともできる。 別の方法として、 前氏の與乾燥 超級な行なうことなく、 最多沈慶に、 健康など反応して不容性の強硬塩を形成すると 簡時に 一価の診を形成するような深、 例えば 塩化ベリッムを添加して経験処理することもできる。

ナタンの基礎的性水溶液から得られ及凝集沈 髪の場合は、严弱して十分に茂浄して共存等を 餘去し、pH3以下、好ましくは1~15に調整す れば密島に発酵する。

無経処理した後のメクチタン酸は、そのまえ 乾燥してもよいが、アンセニア水をどで一旦中 和し、河溢、水洗した袋鬼染するのがよい。こ のようにして、頻繁的に1.1 F以上の粒子を含ま ない後粉栄とすることができる。

「焼成工器」は、徒選する「沈黙工程」の削 又は後に位置する工程であり、非研算メタテタン取又にオルソテタン設を、似子の80%以上が 001~018の範囲内の大きさの散粉末二酸化チ 特跨 时55-10428(10)

の目的とする数数末枚のものは符られない。 従 つてとの場合な次の「解居工等」を必必とする。 このように上記の加熱加水分がによるまりによいものであることが繁まいの 酸は、 解認し おいものであることが繁まいの なな、 かないないの 発としては、 沈良の生政 がなるべ、 例えば、 独品を添加すること、 加水分 解母としてのチャン塩水器被の 飲む になる なるとと、 反応 強度を高くすること、 反応 な なかさくたったとき反応を停止することを なが ながである。

「無空処理」は、最終沈政(散集メタテタン
限)を残争、解除して非誤集メタテタン際を得る工程である。テタンの政策を保持を持ちた。
の成祭沈殿を競争した後メッリーがとし、アンセニア水などのアルカリで中和し評談、水流して、内部に残存している強強を除去し、その後集争、消費、トリクロン酢酸などの除場を使一選者をを加えて、pH5以下、設士しくはpH1-12-12-

メンとするために150~700での遊航で焼成する工程である。無風な鹿が低すぎる場合は、品質が不安定になつたり、姿容水分の豊が多くなつて、例えば鬱冽中に分散させ塩豚を形成させた総合にピンホールをつくつたりするをご覧をしくない影響を与える。一方、高すぎる鶴度で焼政すると二級化テメン粒子同志が固滞或は焼起して0.12以上の極大粒子を全し、本発明の自めとする飯粉末二酸化テメンが得られなくなる。

「先者工程」は、的配工程で符られた非疾染メタテタン酸、オルンテタン酸改社でれらのものがこのまま前配の「誘席工程」を経て持られた二酸化テタンを水中に分散させて水性スラリーとし、これらのテタン階現は二酸化テタンの粒子表面に、ケイ紫及び(又は)アルミニウムの水和酸化物を特定量は増させる工程である。ケイ年の水和酸化物を沈滑させる組合、例えば前記チタン酸波は二酸化チタンを100~2000/2、 銀ましくは250~4009/2(3202として)の密度となるよう水中に分散させて、水件スラリー

-14-

特朗 8355-10428(11)

本製法の「鏡成工程」は、前述の漁り「沈稅 工程」の前又は發化位置する工程であり、この 「額成工器」が「沈若工限」の前に位置する器 合は、沈潜処理の後100で以上の強度で沈澄し た水和即化物を乾燥する。このようにして得ら れた乾燥品或は鏡域品は、公知の仕上げ動砕方 法によつて、仕上げ粉砕される。

次に本殊明の英雄例を記載する。

-16-和銀化物を洗剤させ、との微粉末を戸沿、洗剤・ して1100で乾燥し、との乾燥物をヤンブルも **ルで粉砕した。得られた磁粉末二酸化テタン穏** 成物は、001~0030の粒質のものでもつた。 との組成物を選明ラッカー(エトロセルローメ をトルエンをどの容削に密盤させたもの)にTiOo として10重量を(満顧等顕形分差率)混入し、 进明世科を得た。との強料をガラス校に10ミル のドクターブレードで登布し、乾燥して見かけ 上透明を盤膜を形成させた。との盤鰈を有する ガラス板の可視党級(5.50=4)及び家外級(320 *#) 澄温器を島線ダブルビーム分光光度飲りV - 8 0 3 (畠) 郡 製作 所 楽) に よつ て 拠 定 した。 との それぞれの抜は27多及び0多でもつた。ととで 使用したガラス根の造造器のそれぞれの値は85 多及び16をであつた。また、この意いを有する ガラメ根を1週間放産したが歴瞑は実質的に変

奖缩例 4

色しなかつた。

前配の実路例1の4000円機敢二催化デタン

とし、とれにクィ防ナトリウムなどの水落性ケ イ取アルカリ会和塩を加えて酢配グリン酸或は 二脚化チタンをよく分散させた食、硫酸、硝酸、 袋」、酢酸等の酸を加えて中和し、酢配ケメン 歌蔵は二酸化チタンの粒子袋面にケイ 第の 水和 蹬化物を北着させる。 アンミエウムの 水和酸化 劉を沈奈させる協合は、例えば前記と同様に関 殺した木生メラリーにアルミン酸テトリウムさ ちた必要に応じて分散剤を加えて前配チャン関 **実は二取化テタンをよく分散させた袋 宿配の取** で中和し、アルミニウムの水和酸化物を洗着さ せる。また、ケイポとアルミニウムとの水和酸 化物を沈治させる場合は、普通次の二頭りの方 法がある。一つの方法は前配と同様に跳殺した 水低スラリーにケイ酸ソーダなどの水溶性ケイ 酸アルガリ金属塩を加え、ナタン酸酸は二度化 テァンをよく分散させた袋、一碗酸アルミニタム、 治化アルミニウムなどの酸性の水剤性アルミニ りよ化合物を加えて中和し、テタン敵収は二酸

- 15 -

化ナタンの粒子表面に特定量のケイ器及びアル

突施例よ

イルノナイトを総御と反応させ、待ちれる就 カテクン語液を加熱加水分解して生取させた疑 多ノケチタン段を TiO。 80重量多の水低スラリー とし、このスラリーをアンモニア水で PETに中 和し、その装炉温、洗炉して残段根を除去した。 初られたケーキに 55 9塩酸を加えて PELSとし 施器処理を行つた後、アンモニア水で PEVに中 な、これを炉温、洗浄して1100で乾燥した。 との乾燥品を 6000で2時間観点して 201~ 205月の姓任の磁器来二酸化チタンを得た。

この数数末 100%をTiO2 80 萬量 4 の水性ス

-161-

16CのをT10。80 登留の水型ステリーとし、この中にT10。留留若前でB10。としてC 宝色を依相当する B10: 10 C S/L 含有ケイ酸ソーダ溶液(B10: /Bas G でん比 Q 5)60 m L を添加して、二酸化チタンを分散させ、クイツタミル中で根式粉砕した。そのほとの分散ステリーを 10 8 の 存硫酸で P 1 6 0 5 で中和した。評過、決争して 11 0 ℃で乾燥した後サンブルミルで粉砕した。 得られた数粉末二酸化チタン包配物は Q 0 1 ~ 2 0 8 µ の 位 程 2 0 0 で を つ た。 これを実験例1 と 同様にして金額で 2 で あつた。これを実験例2 と 同様の 試験の 結果、 実施例 1 と 画様 変質的 に 変 色しなかつた。

夹拢钢 8

部記典施例1の2100を課品を2500で3時間結成して001~002mの投稿の役費末二級化チダンを得た。

この微粉末に水を加えて至10g として 20 筆豊

つた。とのものを契約例1と同級化してガラス 概に強布し、可執光額及び紫外盤の透過率を測 定したところ、それぞれ 45% 及び2%であつた。 また、との盤裂は1 泡間放散しても変色、劣化 しなかつた。

英旅贸 8

套脚 昭55-10428(12)

多の水性スクリーとし、以下実施例1と同様にして8:0。及びACeOsのそれぞれの数位多及び3 数量多を数粉末の表面に花着させた。その後との数粉末を評温、洗浄して110℃で流染し、デンブルされで粉砕した。得られた微粉末二級化テタン銀度物は QO1~QO8xの数極のものであった。とのものを突動例1と同様にしてガラス級に強縮し、可視光磁及び燃外級の透過率を確定したととろ、それぞれ 65% 及び35であつた。また、この動膜は1週間放散しても変色、劣化しなかつた。

翠纸物 4

英語例1と同様にして解除処理した後中部、 記念、洗浄したものを T10xとして20 密盤多の 水色スクリーとした。以下突施例1と同様にして 10x 及び A40x のそれぞれ8 単弦を及び4 単数 多をメタチタン散粒子の表面に沈若させた。そ の後四級、洗売して860でで2 時間健成し、サ ンブルミルで物砕した、得られた飲物末二酸化 チタン植物物は 001~202 4の粒径のものであ

置しても変色、劣化したかつた。 異数例 6

突旋例1の110の乾燥品を6350で1時間 鉄取して002~005 P の粒径の微粉末二級化テ メンを得た。以下突旋例1と同様にして810。 及び42.0。のそれぞれ1 電量を及び6 正飲めを 機器数子表面に沈着させ、沈浄、乾燥、奶節し

帯られた微粉末二酸化チタン銀銀物は 00 8 ~ 00 5 ≠ の競狂のものであつた。 このものを実 該例1 の場合と同様にしてガラス複に蒸布し、 可視光線及び紫外線の透過率を測定したところ、 それぞれ36 9 及び0 9 であつた この強額は1 カ月放露しても変色、劣化しなかつた。

等許出職人 石原産業株式会社

-23完-

59 10. 3 発行

特許法第47条の2の規定による特正の接載

昭和 55 年 1 F 24 B 55- 105 号掲載)につ いては特許法第17条の2の規定による補正があっ たので下記のとおり掲載する。

72 77 110 77 2 77 77		
Int.Cl.,	识别征号	庁内整理省等
C016 23/00		6977-46
// CO8K 3/22	CAJ	6681-41
•	·	
•		
• •		
`		·
	\ '	6



- 数数米二種化チタン組成物及びその製造方法

(平550) 大阪市英区江戸組一丁目3巻22号 货.所

明細盤の発明の管理な説明の機

昭和5 4年5月18日付提出の金文訂正明和 毎12页でから2行目の[強塩基性]を[値載性]

以上

